

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭53-37686

⑪Int. Cl.²
C 07 D 201/04

識別記号

⑫日本分類
16 E 538.1

庁内整理番号
6347-44

⑬公開 昭和53年(1978)4月6日
発明の数 1

審査請求 未請求

(全2頁)

⑭ε-カプロラクタムの製造方法

⑮特願 昭52-110049

⑯出願 昭52(1977)9月14日

優先権主張 ⑰1976年9月15日⑱西ドイツ国
(D E)⑲P 2641381.0

⑳發明者 オットー・インメル
ドイツ連邦共和国デ-415クレ
フエルト・インメンホフベク26
アンドレ・ド・ジャガー
カナダ国ポストコードジエイ7
エイ-1シ-9ロゼメール・イル
ベライア-イスト227
ベルント-ウルリツヒ・カイザ

同

㉑發明者 ハンス-ヘルムート・シュバルツ

ドイツ連邦共和国デ-415クレ
フエルト・ラターストラツセ90

㉒出願人 バイエル・アクチエンゲゼルシ
ヤフト

ドイツ連邦共和国レーブエルク
ーゼン(番地なし)

㉓代理人 弁理士 小田島平吉

最終頁に続く

明細書

1 発明の名称

ε-カプロラクタムの製造方法

2 特許請求の範囲

1 シクロヘキサンオキシムの蒸留から残分を反応中に液体で導入し、且つ液状オキシムの量の5~500倍の気体状のシクロヘキサンオキシムおよび液状オキシムの量の少なくとも50倍の量の不活性ガスの存在において反応を遂行することを特徴とする、酸化ホウ素を含有する流動床触媒上の気相における転位によるシクロヘキサンオキシムからのε-カプロラクタムの製造方法。

2 不活性ガスは通常である特許請求の範囲第1項記載の方針。

3 発明の詳細な説明

シクロヘキサンオキシムは、残留物の生成なしでは蒸留することができない。

暗色の不純シクロヘキサンオキシムから成る、かなりの量の蒸留残分が生成する。これらの残分は、それ以上精製することができないので、一般に廃棄される。

シクロヘキサンオキシムからのε-カプロラクタムの製造のための公知の一方法は、酸化ホウ素を含有する触媒の存在における気相においての転位に基づいている。大規模な製造においては一般に流動床反応器が用いられる。たとえば通常のような不活性ガスおよび場合によつては水蒸気と共に、気体状のシクロヘキサンオキシムを流動床中に入れて、オキシムを250~400℃の温度においてε-カプロラクタムに転位せしめる。不純なオキシムまたはオキシム蒸留残分は、気相に転換させることができないために、この方法において使用することができない。

本発明は酸化ホウ素を含有する流動床触媒の存

在においての気相における転位によるシクロヘキサンノンオキシムからの α -カブロラクタムの製造のための方法を提供し、この方法においてシクロヘキサンノンオキシムの蒸留からの残分を液状で反応中に導入し、且つここでそれらの量の5~500倍の気体状態のシクロヘキサンノンオキシムおよびそれらの量の少なくとも50倍の不活性ガスを反応の間に存在せしめることを特徴としている。

これらの条件を維持するならば、シクロヘキサンノンオキシム蒸留残分を、反応器中にケーリング^{且つ取得する α -カブロラクタムの量の}の生成のおそれなしに、何らの低下なしに、 α -カブロラクタムへと共転位せしめることができる。

シクロヘキサンノンオキシム蒸留残分と純粋なシクロヘキサンノンオキシムの間の主な相違は色の点である。残分は暗褐色ないし黒色であるのに対し、純シクロヘキサンノンオキシムは無色ないし淡黄色である。

- 8 -

実施例

5%の水を伴なう1680kg/時重量部のシクロヘキサンノンオキシムの蒸留によつて取得した、120g/時重量部のオキシム残分を、ノズルを通じて、流動床反応器の下部に噴霧した。流動床反応器は、86,000重量部の銀粉および5751重量部の氣化したオキシムによつて流動状態に保つた52,000重量部のホウ酸含有触媒を含有していた。反応器中の温度は約880°Cに保つた。

氣化したオキシム対残分オキシムの比は4.8であり、一方、不活性ガス対残分オキシムの比は8.0である。

気相で反応器から出る反応生成物を凝縮させた。使用したシクロヘキサンノンオキシムに基づく転化率は92.9%に達し、且つ收率は96%であつた。触媒は部分的に時々取出して、空気によつて再生させた。

- 4 -

第1頁の続き

②発明者 クラウス・スタルケ
ドイツ連邦共和国デ-415クレ
フエルト・フランツーストール
ベルクーストラツセ20